



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.30—94

钢铁及合金化学分析方法 对-溴苦杏仁酸沉淀分离-偶氮胂Ⅲ分光 光度法测定锆量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The arsenazo Ⅲ spectrophotometric method
for the determination of zirconium content
after separation by p-bromomandelic acid

1994-09-26 发布

1995-06-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 对-溴苦杏仁酸沉淀分离-偶氮胂Ⅲ分光光度法测定锆量

GB/T 223.30—94

代替 GB 223.30—84

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy

The arsenazo Ⅲ spectrophotometric method

for the determination of zirconium content

after separation by p-bromomandelic acid

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用对-溴苦杏仁酸沉淀分离-偶氮胂Ⅲ分光光度法测定锆量。

本标准适用于碳钢、合金钢、高温合金和精密合金中锆量的测定。测定范围：0.005 0%~0.30%。

2 方法提要

用盐酸-硝酸混合酸溶解试样。加钨酸钠溶液，经高氯酸冒烟后，加对-溴苦杏仁酸沉淀，使锆与铁、铝、钒、钛、钼和稀土等定量分离。在 6 mol/L 硝酸介质中锆与偶氮胂Ⅲ生成绿色配合物，测量其吸光度。铌、钽干扰测定。当显色液中含铌量小于 0.6 mg、含钽量小于 0.2 mg 时，可用过氧化氢掩蔽。

3 试剂

3.1 焦硫酸钾。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.4 硝酸(1+3)。

3.5 盐酸-硝酸混合酸：盐酸(3.2)、硝酸(3.3)与水等体积混合。

3.6 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

3.7 对-溴苦杏仁酸溶液(5%)：称取 5 g 对-溴苦杏仁酸，置于 250 mL 烧杯中，加入 25 mL 无水乙醇，使其完全溶解，用水稀释至 100 mL，混匀。

3.8 钨酸钠溶液：称取 11.2 g 钨酸钠($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)，置于 250 mL 烧杯中，加 100 mL 水，完全溶解后，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 约含 12.5 mg 钨。

3.9 洗涤液：于塑料瓶中加入 500 mL 水、20 mL 对-溴苦杏仁酸溶液(3.7)和 20 mL 盐酸(3.2)，混匀。

3.10 酒石酸溶液(5%)。

3.11 尿素溶液(15%)。用时配制。

3.12 偶氮胂Ⅲ溶液(0.2%)。

3.13 过氧化氢(1+9)。

3.14 锆标准溶液。

国家技术监督局 1994-09-26 批准

1995-06-01 实施